

BL40XU 高フラックス

本ビームラインはヘリカルアンジュレータを光源とし、分光器を使用せずに2枚の全反射ミラーでビームを集光することにより、準単色の高輝度X線ビームを使用できるビームラインである。このビーム特性を活かして、回折、散乱、XAFS、イメージングなど、多様な利用実験が行われている。本ビームラインには共同利用実験に供されている実験ハッチ1と、CREST研究プロジェクトにより建設された実験ハッチ2がある。

1. 実験ハッチ1

実験ハッチ1では、2013年度から非結晶試料の時分割X線回折、XPCS (X-ray Photon Correlation Spectroscopy)、1分子計測、マイクロビーム回折実験等が行われている。今回は2014年度の年報に引き続き、高速時分割測定に有用な高速CMOSビデオカメラの試験結果について解説する。今回用いたのは高感度・高速機種であるPhotron社製AX200である。このデモ機を借用し、ビームライン備え付けの従来機種SA5と比較した。測定はE=15 keV、カメラ長3.5 m、4インチイメージインテンシファイヤ、レンズ F=105 mm、サンプル=コラーゲンの条件で行った。X線は1/100アッテネーター使用し、回折像は両機種とも露光1/1000秒で10回露光したものを加算した。

1-1 画像比較

CMOSカメラには大きな固定ノイズがあり、カメラ側でこれを自動で差し引く操作（シェーディング）を行うのが通常の使用法である。

図1Aは従来どおりの測定で、SA5でシェーディングなしで記録、別に固定ノイズを同じフレーム数記録して平均したものそれぞれの記録フレームから引き算したもの

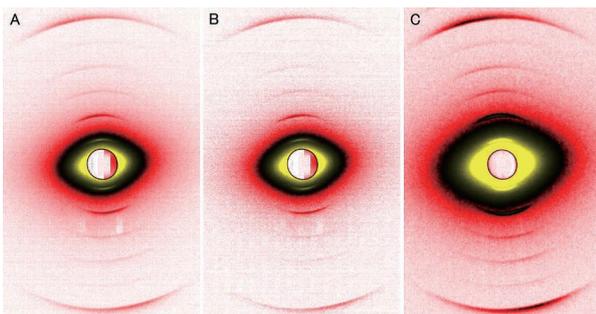


図1 2機種で記録したコラーゲンの回折像の比較

のである。図1BはSA5でシェーディング機能を使ったもの。強度0のピクセルが多数現れ、特に低カウント領域での画像の劣化が著しい。このようにSA5ではシェーディングの機能に問題がある。

AX200はシェーディングなしで記録しようとする固定ノイズだけで検出器が飽和してしまう。これはピクセルゲインが高く設定されているためだという。このため、AX200ではシェーディングを使用した測定しかできない。

図1CはAX200でシェーディング機能を使ったもの。SA5の画像に比べると輝度が格段に高い。強度0のピクセルは現れないようである。

1-2 強度プロファイル比較

図2は得られた10枚加算画像からコラーゲンの回折強度プロファイルを求めたものである。黒がSA5でシェーディングなし。青がシェーディングありで特に低カウント領域でカウント数がシェーディングありの場合よりも下回り、ノイズも増加している。赤はAX200のシェーディング使用で、特にデータの劣化はみられない。ノーマライズすると黒のカーブと大体一致する。強度はSA5の場合の3.0倍程度である。

1-3 まとめ

AX200はシェーディングなしの使い方ができない点が懸念事項であったが、心配された画質の劣化は今回の測定条件ではみられず、高感度のメリットを生かすことができそうである。小型でとり回しが容易なこともメリットである。SA5に比較して3倍の感度はメーカーの公称値より低く、これは前回のSA-Xの試験結果と同様だった。しかしSA-Xと比較しても非常に高感度なので、弱い回

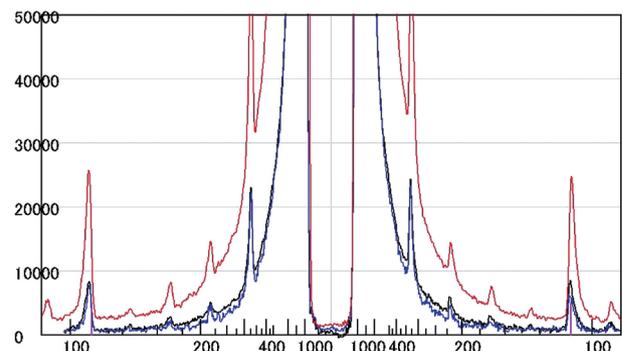


図2 コラーゲン反射の強度プロファイル

折像を高速撮影するうえでメリットがあると考えられる。以上の試験結果から、正式にAX200をビームラインに導入することになった。

2. 実験ハッチ2

実験ハッチ2では、ピンポイント構造計測装置を利用した極微小単結晶構造解析や、次世代エンジンの燃料噴射ノズルの開発のためのX線イメージング実験が行われている^[1, 2]。よりユーザーフレンドリーな極微小単結晶構造解析システムを目指し、下記の装置をピンポイント構造計測装置に導入した。

2-1 自動4象限スリットによるビームサイズ調整機構の導入

極微小単結晶構造解析では、バックグラウンド低減のためにスリットなどによってビームサイズを調整することが必要である。従来、ビームサイズは手差しスリットによって決められたサイズにのみ変更が可能であり、その都度実験ハッチ内に入る必要もあったため、位置再現性や欲しいビームサイズへの微調整ができないことが課題となっていた。また、すでに導入している集光・平行ビーム即時切替システムの切り替えにもビームサイズを変更する必要があり自動化が必要であった。

そのため、Huber社製の2象限自動スリット2台を使い、4象限スリットとして回折計に導入した(図3)。自動スリットの導入によりビーム位置の高い再現性や最小5ミクロンまでの任意サイズのビームが作れるようになり、より低バックグラウンドの回折イメージが測定可能となっている。



図3 自動4象限スリット

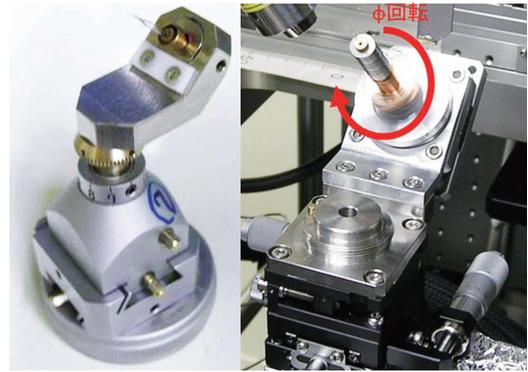


図4 手動φ軸アダプタ(左図)と自動φ軸ステージ(右図)

2-2 自動φ軸ステージの導入

単結晶X線回折測定では、結晶方位を様々に変えながらX線を照射する必要がある。微小単結晶測定を可能にするピンポイント構造計測装置では高い軸の回転精度を要求するため、 ω 軸のみの1軸ゴニオメータが採用されている。しかし、結晶方位を変えたいという要望もあり、 χ 軸が45°固定の手動φ軸アダプタ(図4左)を導入して複数の結晶方位での測定を実現していた。しかし、一方位あたりの測定時間が短いこともあり、φ軸を手動で回す作業がユーザーの負担になっていた。

自動φ軸ステージを実現するための課題として非常に狭い試料周辺の空間に自動φ軸ステージをどのように設置するかがあり、小型モータを利用したステージを開発してピンポイント構造計測装置に導入した(図4右)。試料マウント時にφ軸と ω 軸をセンタリングすることで、その後のセンタリングが不要になり、複数のφ軸位置における測定を自動で行うことができるようになった。

また、副次的な効果としてφ軸を連続的に回転させることによってガンドルフィ・カメラとして利用することもでき、単結晶試料だけでなく、多結晶性試料1粒からでも均一な粉末回折パターンとして構造情報を得られるようになった^[3]。

参考文献

- [1] S. Moon, K. Komada, K. Sato, H. Yokohata, Y. Wada and N. Yasuda: *Experimental Thermal and Fluid Science* **68** (2015) 68.
- [2] K. Komada and S. Moon: *Fuel*, **181** (2016) 964.
- [3] N. Yasuda and S. Kimura: *Mater. Trans.*, **57** (2016) 1010.

利用研究促進部門

バイオ・ソフトマテリアルグループ

岩本 裕之・青山 光輝

ナノテクノロジー利用研究推進グループ

安田 伸広